

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2005 年 2 月 17 日 (17.02.2005)

PCT

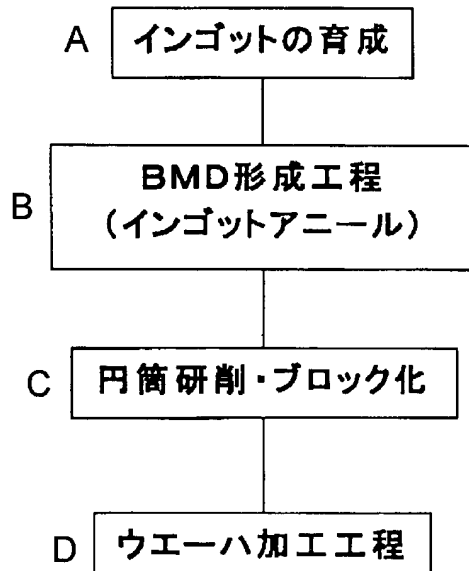
(10) 国際公開番号  
WO 2005/014898 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C30B 29/06
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/011145
- (22) 国際出願日: 2004 年 8 月 4 日 (04.08.2004)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2003-292558 2003 年 8 月 12 日 (12.08.2003) JP  
特願2003-292539 2003 年 8 月 12 日 (12.08.2003) JP  
特願2003-292596 2003 年 8 月 12 日 (12.08.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO.,LTD.) [JP/JP]; 〒1000005 東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 小林 武史 (KOBAYASHI, Takeshi) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒1110041 東京都台東区元浅草 2 丁目 6 番 4 号上野三生ビル 4 F Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,

[続葉有]

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING WAFER

(54) 発明の名称: ウエーハの製造方法



- A... GROW INGOT  
B... BMD FORMATION STEP (ANNEAL INGOT)  
C... CYLINDER GRINDING/BLOCK FORMATION  
D... WAFER MACINING STEP

(57) Abstract: A process for producing a wafer, comprising at least the BMD formation step of subjecting a silicon single crystal having the form of an ingot to heat treatment to thereby form bulk microdefects (BMD) in the interior thereof, and the wafer machining step of machining the ingot furnished with the bulk microdefects (BMD) into a wafer. In this process for producing a wafer, the heat treatment for imparting IG capability in the wafer production can be shortened to thereby enable mass production of wafers of high IG capability. The process can further comprise the wafer heat treatment step of performing heat treatment of wafers after machining and the epitaxial growth step of forming an epitaxial layer on each of the wafers with the result that the productivity of, excelling in gettering effect, anneal wafers and epitaxial wafers can be enhanced.

(57) 要約: ウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行ない内部に内部微小欠陥 (BMD) を形成する BMD 形成工程と、前記内部微小欠陥 (BMD) を形成したインゴットをウエーハに加工するウエーハ加工工程を有するウエーハの製造方法。これにより、ウエーハの製造で IG 能力を付与するための熱処理が短縮でき、IG 能力の高いウエーハを大量に生産することができるウエーハの製造方法が提供される。さらに、加工後のウエーハを熱処理するウエーハ熱処理工程を有し、あるいは、ウエーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有することもでき、これにより、ゲッタリング効果の優れたアニールウエーハやエピタキシャルウエーハの生産性が向上する。



SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,  
VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN,  
TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF,

添付公開書類:

一 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

## 明 細 書

### ウェーハの製造方法

#### 技術分野

[0001] 本発明はウェーハの製造方法に関し、特にIG (Intrinsic Gettering)能力を付与するための酸素析出物および内部微小欠陥BMD (Bulk Micro Defect)を生成したウェーハを低コストで製造する方法に関する。

また、本発明はアニールウェーハの製造方法に関し、特に、表面に無欠陥領域であるDZ (Denuded Zone)層を形成するための酸素外方拡散熱処理、IG能力を付与するための酸素析出物および内部微小欠陥BMDを生成する熱処理を行なうアニールウェーハの製造方法に関する。

さらに、本発明はエピタキシャルウェーハの製造方法に関し、特に、ゲッターリング効果に優れ、エピタキシャル層欠陥の少ないエピタキシャルウェーハを効率良く製造する製造方法に関する。

#### 背景技術

[0002] 半導体集積回路素子の基板として用いられるシリコン単結晶ウェーハは、主にチョクラスキー法 (CZ法) によって製造されている。CZ法とは、石英ルツボ内で1420℃以上の高温で熔融されたシリコン融液にシリコン単結晶の種結晶を浸漬させ、石英ルツボと種結晶を回転させながら徐々に種結晶を引き上げることによって、円柱状のシリコン単結晶を育成する方法である。この時、シリコン融液と接触する石英ルツボ表面は熔融し、酸素がシリコン融液中に溶け込み、育成中の結晶の中に取り込まれる。その酸素原子は結晶育成中および冷却中に凝集し、酸素析出核となる。そのため育成されたままの結晶から採取されたシリコンウェーハに700℃から1050℃の温度帯で熱処理を施すとこの核が成長し酸素析出物およびBMDを形成する。この酸素析出物は、集積回路素子形成の過程 (デバイスプロセス) で起こる金属汚染を捕獲するという有益な役割を担う。いわゆるイントリンシック・ゲッターリング (IG) である。

[0003] すなわち、デバイス工程では、高温での熱処理プロセス等で、Fe, Ni, Cuに代表

される重金属汚染があり、これら重金属汚染により、ウエーハ表面近傍に欠陥や電氣的な準位が形成されると、デバイスの特性が劣化するため、この重金属汚染をウエーハ表面近傍から取り除く必要から、IGや各種のEG (Extrinsic Gettering) のゲッタリング手法が従来から用いられている。特に今後のデバイスプロセスは、更なる高集積化と高エネルギー・イオン注入を用いたプロセスの低温化が進むことが明らかで、その場合、デバイスプロセス途中におけるBMDの形成が、プロセス低温化のために困難になることが予測される。従って、低温プロセスでは、高温プロセスに比べて十分なIG効果を得ることが困難となる。また、デバイスプロセスが低温化しても、高エネルギー・イオン注入等での重金属汚染は避け難く、ゲッタリング技術は必須と考えられる。またスリップの発生を抑制するには高密度なBMDが存在することが好ましい。

[0004] 通常のBMDの形成は、シリコン単結晶をウエーハ加工した後にウエーハを熱処理することで行なわれている。例えばDZ-IG熱処理といわれる熱処理などが知られている。これはウエーハ加工した鏡面状のウエーハを1100℃から1200℃程度の温度で高温処理をすることにより、ウエーハ表面近傍の酸素を外方に拡散させて微小欠陥の核となる格子間酸素を減少させ、デバイス活性領域に欠陥の無いDZ (Denuded Zone) 層を形成させる。その後、600℃から900℃の低温熱処理で、ウエーハバルク中にBMDを形成するという高温＋低温の二段の熱処理が行われている。また初めに低温処理を行ない、BMDを十分に形成しつつ、その後の高温熱処理でウエーハ表層のDZ層を形成することもある。このようなウエーハ状態で熱処理しDZ層やIG能力を付加したウエーハはアニールウエーハ等といわれる。

[0005] 一方、CZ法で育成されるシリコン単結晶には、前記したように、通常酸素不純物が含まれており、そのままの状態ではデバイス製造工程に使用すると、工程中で過飽和な酸素が析出することがある。酸素析出物は、体積膨張による歪みで二次的に転位や積層欠陥等を発生させることがある。これらの酸素析出物及びその二次欠陥は半導体デバイスの特性に大きな影響を及ぼすもので、ウエーハ表面及びデバイス活性層にこのような欠陥がある場合、リーク電流の増大、酸化膜耐圧不良等を引き起こすことがある。

[0006] また、デバイスの高集積化、微細化に伴い今まで問題視されなかったCZ法シリコン

単結晶引上げ時に導入されたGrown-in欠陥が酸化膜耐圧特性を著しく劣化させることから、シリコン単結晶基板の表面近傍における結晶性の良否がデバイスの信頼性及び歩留りを大きく左右することになる。

[0007] その対策として、ウエーハに熱処理を施しウエーハ表面の欠陥を消滅させる技術がある。このウエーハ熱処理としては、シリコン基板を水素雰囲気下、又は水素含有雰囲気中で950℃から1200℃の温度で5分間以上加熱してシリコンウエーハ表層部に酸素外方拡散促進によるDZ層を形成する方法がある(例えば、特開昭60-231365号公報、特開昭61-193456号公報、特開昭61-193458号公報参照)。

[0008] また、近年では、ウエーハ(インゴット)の中に、窒素をドーブし、COP(Crystal Originated Particle)等の結晶起因の欠陥が消滅しやすく、かつ、酸素析出物が得られやすいようにする工夫もされている。これにより無欠陥領域の広いアニールウエーハが効果的に製造できるようになっている。また、このような基板を用い後述するエピタキシャルウエーハを製造した場合、高品質のウエーハが効果的に製造できるようになっている。

[0009] 更には、原子空孔過剰であるが結晶成長導入欠陥(COP等の結晶欠陥)のない領域と格子間シリコン原子過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域からなる結晶が知られている。これは結晶の引上げ速度等を制御することによって得られ、結晶欠陥がほとんどないウエーハとすることができる。このような原子空孔過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域と格子間シリコン原子過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域からなる結晶は準完全結晶(Nearly perfect crystal)と呼ばれ、以下NPCと呼ぶことがある。このような結晶を用いても表面の無欠陥領域(DZ層)の広いアニールウエーハが効果的に製造できる(例えば、特開平11-199387号公報参照)。また、このような結晶を用いたウエーハ上にエピタキシャル成長させても高品質のウエーハが効果的に製造できる。

[0010] しかし、例えば上記のようなDZ-IG熱処理と呼ばれるアニールでは、ウエーハにDZ層形成とBMD形成という目的の異なる2段の熱処理を行なうことから大変時間がかかるものであった。特に高密度にBMDを形成するには、低温で十分な時間をかけ熱処理することが必要である。

- [0011] シリコンウエーハに加工されたウエーハ状態で熱処理する場合には、図6に示すような縦型の熱処理装置30が用いられ、熱処理ボート40にセットされたウエーハWをチャンバ31内でヒータ32により加熱する。また、ウエーハのセットには、図7に示すような熱処理ボート40が用いられ、連結部41で連結された複数の支柱42に設けた溝状のウエーハ載置部43にウエーハWを保持する。しかし、ウエーハをセットできる枚数は、多くても100枚程度に限られてしまう。そのため、アニールウエーハを大量に生産するには、熱処理装置を多く用意するか、アニール時間を短縮する必要がある。
- [0012] しかし、ウエーハが大口径化することで、このような熱処理を行なう装置も大型化し、それに用いられる熱処理ボートなども大型化することで、設備的に大変高価な装置が必要となってしまう。従って、装置を多く導入するにはコスト的に限界があり、効率よく熱処理装置を運用することが重要である。
- [0013] 一方、現在では表面に単結晶層を成長させたエピタキシャルウエーハが用いられることも多い。エピタキシャルウエーハは表面近傍における結晶性が良好であるという利点がある。また、エピタキシャル成長技術によれば、ウエーハ内部に急峻な不純物濃度勾配を形成したり、高濃度層の内部に低濃度層を形成することが比較的容易に行えるため、エピタキシャルウエーハはバイポーラ・トランジスタやショットキ・バリア・ダイオードの作製には必須のウエーハである。このようなエピタキシャル層の形成では、1000℃以上の高温プロセスが行われる。
- [0014] なお、ここで言う1000℃以上の高温プロセスには、エピタキシャル成長自体とエピタキシャル成長前に行われる前処理がある。シリコン結晶薄膜のエピタキシャル成長は、典型的には $H_2$ 雰囲気中に珪素化合物ガスである $SiCl_4$ 、 $SiHCl_3$ 、 $SiH_2Cl_2$ 、 $SiH_4$ 等のガスとドーパント・ガスである $B_2H_6$ ガスや $PH_3$ 等のガスを供給し、1000～1200℃の温度域で行われる。
- [0015] 一方、前処理とはシリコン単結晶基板の表面に存在する自然酸化膜やパーティクル等を除去する操作であり、特にエピタキシャル成長を行なう前には、シリコン単結晶基板の表面の清浄化は欠かせない処理である。自然酸化膜やパーティクルを除去するためによく用いられる方法は、 $H_2$ または $H_2/HCl$ 混合ガス雰囲気中にて、1100

℃付近の高温で基板の熱処理を行なう方法である。この他に、室温近傍で実施可能な方法として、希フッ酸溶液を用いたウェット・エッチング、フッ化水素ガスと水蒸気との組合せ、Arプラズマ処理が知られているが、処理後直ちに酸化膜が再成長してしまうこと、基板の表面荒れが起こること、処理設備が腐食すること等の問題があり、現状では前述の高温熱処理が最適であると考えられている。

[0016] しかし上記のような、エピタキシャルウエーハではゲッタリング効果が不十分な場合があった。これは、エピタキシャルウエーハとなる基板が1000℃以上の高温プロセスを経ると、酸素析出核や酸素析出物のほとんどが消滅してしまい、ゲッタリングの機能を果たせなくなるためである。従来の方法ではエピタキシャル成長前の前処理で自然酸化膜を1000℃未満の温度域で十分に除去することは難しい。したがって、前処理については1000℃以上の温度域で行なわざるを得ず、従来、このためにエピタキシャルウエーハのゲッタリング効率の低下は免れなかった。

[0017] このような基板に対しゲッタリング効果を得るためには、エピタキシャル層を形成する前又は後にBMDを形成する為の熱処理を行なう必要があることがあり大変時間がかかるものであった。特にゲッタリング効果を得るために必要なBMDを形成するには、ウエーハを低温で十分な時間をかけ熱処理することが必要である。

## 発明の開示

[0018] 本発明は、ウエーハの製造でIG能力を付与するための熱処理が短縮でき、またIG能力の高いウエーハを大量に生産することができるウエーハの製造方法を提供することを第1の目的としている。

また、本発明は、上記のようなDZ層形成のための酸素外方拡散熱処理、IG能力を付与するためのBMDを生成する熱処理など熱処理に大変時間とコストのかかるアニールウエーハの製造において効率的に熱処理を行ないアニールウエーハの生産枚数を増大させるウエーハの製造方法の提供を第2の目的としている。

さらに、本発明は、上記のようなエピタキシャルウエーハの製造において効率的に熱処理を行ないゲッタリング効果の優れたエピタキシャルウエーハの生産性を向上させるエピタキシャルウエーハの製造方法の提供を第3の目的としている。

[0019] 前記第1の目的を達成するための本発明は、ウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なうインゴット熱処理工程と、該熱処理したインゴットをウエーハに加工するウエーハ加工工程を有することを特徴とするウエーハの製造方法である。

このようにインゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なってIG能力を付与することにより、従来はウエーハに加工した後で行われていた熱処理を予め効率的に行なうことができ、生産性を大幅に向上させることができる。

[0020] この場合、前記インゴット熱処理工程において、前記シリコン単結晶に内部微小欠陥(BMD)を形成することが好ましい。

すなわち、ウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行ない内部に内部微小欠陥(BMD)を形成するBMD形成工程と、前記内部微小欠陥(BMD)を形成したインゴットをウエーハに加工するウエーハ加工工程を有することを特徴とするウエーハの製造方法である。

[0021] このように、インゴット熱処理工程(本発明では、BMD形成工程、第1の熱処理工程という場合がある。)としてインゴット状態のシリコン単結晶に予め熱処理を行なうこととし、ウエーハ加工工程でインゴットをウエーハに加工することにより、従来のようにウエーハ状態のシリコン単結晶に対してBMDを形成する熱処理を加える方法に比べて効率良く熱処理を行なうことができる。従って効率良くBMDを形成することができ、IG能力の高いウエーハを大量に生産することができる。また、初めからIG能力の高いウエーハをデバイス工程などの後工程に供給することができる。

[0022] また、前記ウエーハ加工工程後、前記ウエーハを熱処理するウエーハ熱処理工程を有することもできる。

すなわち、前記第2の目的を達成するための本発明は、アニールウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なうインゴット熱処理工程と、前記熱処理したインゴットをウエーハに加工するウエーハ加工工程と、前記ウエーハを熱処理するウエーハ熱処理工程(本発明では、第2の熱処理工程という場合がある。)を有することを特徴とするアニールウエーハの製造方法である。

。



[0023] このように、インゴット熱処理工程でインゴット状態のシリコン単結晶に予め熱処理を行なっておき、ウエーハ加工工程でインゴットをウエーハに加工してから、ウエーハ熱処理工程でそのウエーハに熱処理を行なうことにより、従来のようにウエーハに対して2段の熱処理を加える方法に比べて効率良く熱処理を行なうことができる。また、ウエーハ状態での熱処理時間を短縮できるため、ウエーハへの金属汚染も低減できる。

[0024] 前記ウエーハ加工工程において、前記熱処理したインゴットを鏡面状のウエーハに加工することが好ましい。

このようにウエーハ加工工程において、インゴット熱処理工程で熱処理したインゴットを鏡面状のウエーハに加工しておくことにより、DZ層を形成するウエーハ熱処理工程をした後に、DZ層の厚さが減少してしまう鏡面研磨をする必要がないため、ウエーハ熱処理工程で得られた厚いDZ層をそのままデバイス作製領域に用いることができる。

[0025] この場合、前記鏡面状のウエーハに加工した後、該ウエーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有することもできる。

すなわち、前記第3の目的を達成するための本発明は、エピタキシャルウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程と、前記熱処理したインゴットを鏡面状のウエーハに加工するウエーハ加工工程と、前記ウエーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有することを特徴とするエピタキシャルウエーハの製造方法である。

[0026] このように、熱処理工程でインゴット状態のシリコン単結晶に予め熱処理を行なっておき、ウエーハ加工工程でインゴットをウエーハに加工してから、エピタキシャル成長工程でそのウエーハ上にエピタキシャル層を形成することにより、従来のようにウエーハに対して熱処理を加える方法に比べて効率良く熱処理を行なうことができる。

[0027] 前記インゴット熱処理工程は、インゴット状態のシリコン単結晶に700℃以上の熱処理を行なうことが好ましい。

このようにインゴット状態のシリコン単結晶に700℃以上の熱処理を行なうことにより、内部に十分なBMDを形成することができる。

[0028] また、前記インゴット熱処理工程は、1100℃以下の熱処理温度で30分以上8時間以内の熱処理を行なうことが好ましい。

1100℃以下の熱処理温度で熱処理することにより、単結晶に転位やスリップを発生させることなく熱処理を行なうことができる。また、30分以上8時間以内の熱処理を行なうことにより、良好なIG能力を付与することができる。

[0029] 従って、前記インゴット熱処理工程は、700℃以上1100℃以下の熱処理温度で30分以上8時間以内の熱処理を行なうことが好ましい。

このような温度範囲でインゴット熱処理工程を行なうことにより、シリコン単結晶インゴットに転位やスリップを発生させることなく、十分なBMDを形成することができる。また、このような時間でインゴット熱処理工程を行なうことにより、良好なIG能力を付与することができる。

[0030] 特に、エピタキシャルウェーハを製造する場合には、前記インゴット熱処理工程は、700℃以上900℃以下の熱処理温度で30分以上8時間以内の熱処理を行なうことが好ましい。

このような温度範囲で熱処理工程を行なうことにより、後にエピタキシャル層を形成した場合に、基板ウェーハ表面に露出したBMDからエピタキシャル層欠陥が発生することがなく、十分なBMDを形成することができる。また、このような時間で熱処理工程を行なうことにより、良好なIG能力を付与することができる。

[0031] 前記インゴット熱処理工程は、昇温速度を0.5℃/min～10℃/minとして熱処理することが好ましい。

このような昇温速度で熱処理することによりインゴット中に安定したBMDを形成することができる。なお高密度にBMDを析出させるためには、BMD析出核が生成する温度帯領域、例えば500℃以上において5℃/min以下にゆっくり昇温することが好ましい。これより低い領域(500℃未満)では10℃/min程度と比較的高速に昇温して処理すれば良い。

[0032] 前記ウェーハ熱処理工程において、前記ウェーハ表面に無欠陥領域(DZ層)を形成することが好ましい。

このように、ウェーハ熱処理工程において、ウェーハ表面にDZ層を形成することに

より、ウエーハ表面近傍の結晶性に優れたDZウエーハを製造することができる。特に本発明では、インゴット熱処理においてインゴット状態のシリコン単結晶に予め熱処理を行なってBMDを形成させてあるため、DZ層を形成する熱処理を簡略なシーケンスで短時間で行なうことができる。

- [0033] 前記ウエーハ熱処理工程は、900℃以上1300℃以下で、5分以上16時間以内の熱処理を行なうことが好ましい。

このような温度範囲と熱処理時間でウエーハ熱処理工程を行なうことにより、ウエーハにスリップを発生させずに、十分な厚さのDZ層を形成することができる。

- [0034] 前記ウエーハ熱処理工程は、昇温速度を5℃/min以上として昇温することが好ましい。

このように、本発明ではインゴット熱処理工程でインゴット状態のシリコン単結晶に予め熱処理を行なっているため、ウエーハに対して行なうウエーハ熱処理工程では、初めから昇温速度を従来方法より速くすることができ、熱処理時間を短縮することができる。そして、インゴット熱処理工程を行なっているため、このような昇温速度でも十分なBMD密度とDZ層を有するアニールウエーハを得ることができる。

- [0035] 前記エピタキシャル成長工程は、1000℃以上の温度で前処理を行なった後に1000℃以上の温度でエピタキシャル成長を行なうことができる。

このように本発明では、1000℃以上の温度で前処理を行なった後に1000℃以上の温度でエピタキシャル成長を行なうことにより、前処理で十分に自然酸化膜を除去して、高品質のエピタキシャル成長を効率良く行なうことができる。特に、初めにインゴットの状態で十分にBMDの析出核を形成しておくため、このような高温プロセスによりエピタキシャル層を形成しても、ゲッタリング効果が低下することなく良好なIG能力を持つエピタキシャルウエーハを製造することができる。

- [0036] 前記シリコン単結晶は、窒素がドーブされている結晶であることが好ましい。

このようにシリコン単結晶に窒素をドーブしておくことにより、熱処理によりDZ層やBMDを形成しやすくすることができる。

また、このようにシリコン単結晶に窒素をドーブしておくことにより、エピタキシャル成長工程後にエピタキシャル層の欠陥が少なく、IG効果の高いウエーハを効率良く製

造することができる。

- [0037] 前記シリコン単結晶は、チョクラスキー法により製造された準完全結晶(NPC)領域の結晶とすることができる。

このような結晶であれば、例えば後の工程でアニールウエーハとした場合にDZ層の厚い、より高品質のウエーハとすることができる。

また、このような結晶であれば、エピタキシャルウエーハとした場合にエピタキシャル層の欠陥が少ない、より高品質のウエーハとすることができる。

- [0038] 前記インゴット状態のシリコン単結晶は、チョクラスキー法による単結晶引上装置で引き上げられたままの形状のインゴット、又は引き上げ後に円筒研削されブロック状に切断された状態のインゴットとすることができる。

本発明では、このようなインゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行ない内部にBMDを形成するため、効率良く単結晶にBMDを形成することができる。

なお、本発明でいう単結晶引上装置で引き上げられたままの形状のインゴットとは、チョクラスキー法により引き上げられた直後の結晶の他、引き上げられたインゴットからコーン部、テール部を切断したもの、あるいはそれらを数個のブロックに切断したものも含む。

- [0039] 本発明によるウエーハの製造方法によれば、初めにインゴットの状態でBMDを形成する熱処理を行なうため、IG能力の高いウエーハをデバイス工程などの後工程に供給することができる。またBMDを形成する熱処理を一度に大量に行なうことにより効率良く行なうことができ、IG能力を付与するための熱処理時間を大幅に短縮することができ、これによりウエーハ製造の生産性を向上させることができる。

- [0040] また、本発明によるアニールウエーハの製造方法によれば、初めにインゴットの状態にBMDを形成する熱処理を行なうため、BMDを形成する熱処理を効率良く行なうことができ、後に行なうDZ層を形成する熱処理で熱処理時間を大幅に短縮することができる。これにより、アニールウエーハ製造の生産性を向上させることができる。さらに、ウエーハ状態での熱処理時間を短縮できるため、ウエーハへの金属汚染も低減できる。

- [0041] さらに、本発明によるウエーハの製造方法によれば、初めにインゴットの状態にBM

Dを形成しておく為、ウエーハ加工後にエピタキシャル層を形成してもBMDが消滅することなく、高密度のBMDが析出したIG能力の高いエピタキシャルウエーハが製造できる。また、BMDを形成する熱処理がウエーハ状態での熱処理ではなく、インゴット状態での熱処理であるため、(ウエーハ換算にすると)大量のウエーハを一度に処理でき、生産性が向上する。

#### 図面の簡単な説明

- [0042] [図1]本発明のウエーハの製造工程の一例を示したフロー図である。
- [図2]本発明のウエーハの製造工程の別の例を示したフロー図である。
- [図3]本発明におけるインゴット熱処理工程で用いられる横型熱処理炉の一例を示した説明図である。
- [図4]本発明におけるインゴット熱処理工程で用いられる縦型熱処理炉の一例を示した説明図である。
- [図5]引上げ後にブロック状に切断された状態のシリコン単結晶のインゴットを示した図である。
- [図6]ウエーハの熱処理で用いられる縦型熱処理装置の一例を示した説明図である。
- [図7]ウエーハの熱処理で用いられる熱処理ボートの一例を示した説明図である。
- [図8]本発明におけるウエーハ加工工程の一例を示したフロー図である。
- [図9]本発明のアニールウエーハの製造工程の概略を示したフロー図である。
- [図10]本発明のエピタキシャルウエーハの製造工程の概略を示したフロー図である。
- [図11]エピタキシャル成長装置の一例を示した説明図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

- [0043] 以下、本発明について詳細に説明する。

本発明者は、IG能力の高いウエーハの製造に際して、インゴット状態で熱処理をしてIG効果を上げるためのBMDを形成しておき、それをウエーハ加工することによって、BMDが形成されIG能力の高いウエーハを効率良く製造することができ、その後のDZ層形成やエピタキシャル層形成のプロセスにおいても、BMD密度が十分に維

持できることを知見した。

[0044] 従来インゴット状態のアニール(以下インゴットアニールということがある)は、化合物半導体、例えばGaAsにおいて主に行なわれている技術で、もっぱら電気特性を均一に改善する為に行なわれているものである(例えば特開平6-196430号公報、特開平6-31854号公報参照)。本発明では、このような熱処理とは異なり、シリコン単結晶に対しBMDを形成する熱処理をインゴットの状態で施しておくことで、IG能力の高いウエーハを短時間で大量に生産する。すなわち、本発明のウエーハの製造方法は、インゴット状態のシリコン単結晶の内部にBMDを形成し、その後ウエーハ加工を行なうことを特徴とする。

[0045] 本発明は、このようにインゴットの状態でBMDを形成しておき、これをウエーハ加工してIG能力を付加したウエーハを製造することによって、例えば、その後にアニールウエーハを製造する際にも、このIG能力を付加する条件の熱処理を省略または簡略化することができ熱処理時間を短くすることができるものである。また、例えば、このようなウエーハにエピタキシャル層を形成することでエピタキシャルウエーハを作製する場合においてもゲッタリング効果の高いウエーハとすることができる。またインゴット状態での熱処理であることから、従来のウエーハ状態でのBMDを形成する熱処理に比べ、ウエーハ熱処理ボートを用いる必要がないため、(ウエーハ換算にすると)一度に大量に熱処理することができ、熱処理の効率を大幅に向上させることができる。

[0046] 具体的には、インゴット状態のシリコン単結晶に700℃以上の熱処理を行ない、その後ウエーハ加工を行なう。特にインゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行ないインゴット内部にBMDを形成する熱処理工程は、700℃以上1100℃以下の熱処理温度で30分以上8時間以内の熱処理を行なうと良い。また昇温速度も0.5℃/min～10℃/minとして熱処理することで安定したBMDを形成することができる。

[0047] インゴットの状態で1100℃以下の温度で熱処理を行なうことによりインゴット全体に転位やスリップが発生することを防ぐことができる。また、700℃以上の温度で熱処理をすることにより、十分なBMDを形成することができる。さらに、700℃以上の温度で熱処理をすることにより、後の工程(例えばウエーハ状態でのアニール工程)で消滅しないようなBMDを形成することができる。

[0048] このような温度範囲で、インゴットに例えば30分以上8時間以内の定温保持または複数段の定温保持熱処理を行なうと十分なBMDを形成することができ、その後の工程においてもこのBMDは消失せず残留するため、良好なIG能力を付与させることができる。処理時間は特に限定するものではなく、この処理時間はもっと長くてもかまわないが、時間的メリット及び良好なIG能力を得るには上記範囲程度が適当である。このとき、昇温速度を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ～ $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ として昇温すると好ましい。

[0049] また、インゴットは、シリコン単結晶に窒素がドーブされている結晶、又はNPC領域の結晶であることが好ましい。

特に窒素ドーブしたシリコン単結晶を用い熱処理した場合、結晶内部で酸素析出物が得られやすくなり、かつ、COP等の結晶起因の欠陥が熱処理により消滅しやすくなる。このようなシリコン単結晶を用いることにより、例えば、DZ層を形成する工程を後に行なう場合において無欠陥領域が広くIG効果の高いウエーハを効果的に製造できるようになる。

[0050] また、NPC領域の結晶についても同様に無欠陥領域の広いウエーハとなり好ましい。NPC領域の結晶は、結晶引上げ条件を制御することで、原子空孔過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域(Nv領域ということがある)と格子間シリコン原子過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域(Ni領域ということがある)で成長させた結晶である。

特に、NPC領域ではNvとNi領域で、酸素析出挙動が異なることが知られている。このような異なる酸素析出挙動を示す場合、例えばインゴット段階で $300\sim 500^{\circ}\text{C}$ といった低温領域から、 $0.5\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程度の遅い昇温速度で低温からゆっくり昇温してBMDを成長させることにより、NvやNi領域での酸素析出挙動が均一化され、NvやNi領域に依存することなく面内で安定したBMDの形成を行なうことができるので好ましい。従来は、ウエーハ状態でこのような熱処理を行なうと生産性が著しく低下するため、現実的には実施することができなかった。しかしインゴット段階であれば、このようなゆっくりした熱処理を行なっても一度に大量の処理を行なうことが出来るので高い生産性を維持することができる。

[0051] なお、インゴット状態のシリコン単結晶とは単結晶引上装置で引き上げられたままの

形状のインゴット又は引上げ後に円筒研削しブロック状に切断した状態のインゴットである。単結晶引上装置により引き上げたシリコン単結晶は、コーン及びテールといった部分が形成されているが、このようなインゴットの状態(この他にコーン部およびテール部を除去した状態、および複数ブロックに分割した状態を含む)で、インゴットアニールをすることができる。

またウエーハ加工前(スライス前)に、通常はインゴットを円筒研削してから複数のブロックに分けるが、このような円筒研削されたブロックの状態でも熱処理しても良い。この場合は、ブロックの表層に円筒研削での金属汚染が発生するため、表層100〜500  $\mu\text{m}$ 程度を酸エッチングにより除去してから、熱処理を行なうことが好ましい。

[0052] また、本発明者は、アニールウエーハの製造に際して、インゴットのまま熱処理しIG効果を上げるためのBMDを形成しておき、その後にウエーハ加工をし、さらにウエーハ状態での熱処理を行なうことによって、効率良く熱処理を行なうことができ、BMDが十分に形成され、かつDZ層も十分に形成されたアニールウエーハを製造することが可能であることを知見した。

[0053] つまり本発明のアニールウエーハの製造方法は、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう第1の熱処理工程と、熱処理したインゴットをウエーハに加工するウエーハ加工工程と、ウエーハを熱処理する第2の熱処理工程を有することを特徴とする。特にインゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう第1の熱処理工程がBMDを形成する熱処理工程であり、ウエーハを熱処理する第2の熱処理工程はウエーハ表面に無欠陥領域(DZ層)を形成する熱処理工程であることを特徴とする。

[0054] このようなインゴットアニールを、アニールウエーハの原料となるシリコン単結晶のインゴットに適応すれば良好なアニールウエーハが得られることがわかった。特にインゴット状態で700°C以上の熱処理を施しBMDを形成しておくことが好ましい。

[0055] すなわち、本発明は、従来ウエーハに加えられていたDZ層及びBMDを形成する為の2段の熱処理のうち、BMDを形成する熱処理をインゴット段階で行なっておき、最終的なウエーハ状態での熱処理では、BMDを形成する熱処理を省略または簡略化することによりウエーハに施す熱処理時間を短くするものである。つまり、BMDを形成する熱処理をインゴット状態で行なうことにより、従来方法のようにウエーハ熱処



理ポートを用いる必要がないため、ウェーハ状態なら数バッチから十数バッチ分はかかる熱処理を一回の熱処理で行なうことができ、熱処理の効率を大幅に向上させることができる。そしてウェーハ状態での熱処理ではBMDを形成する熱処理を省略または簡略化することにより、熱処理時間を従来の約2分の1程度の時間に短縮でき、アニールウェーハの生産性を大幅に向上することができる。

- [0056] DZ層を形成する為の、ウェーハ状態でのアニール(第2の熱処理工程)は、従来の2段の熱処理を簡略化したもので、主にDZ層を形成するための条件で熱処理を行えば良い。具体的には、900℃以上1300℃以下で5分以上16時間以内で加熱保持して熱処理する。特に1100℃以上が好ましい。熱処理時間は要求されるDZ層の幅等により適宜設定すれば良い。
- [0057] このようにインゴット状態で熱処理したシリコン単結晶をウェーハ加工し、さらにウェーハ状態で熱処理することで、無欠陥領域が広く、またIG効果の高いアニールウェーハが効果的に製造できるようになる。
- [0058] さらに、本発明者は、エピタキシャルウェーハの製造に際して、例えば、インゴットのまま熱処理しIG効果を上げるためのBMDを十分に形成しておき、その後にウェーハ加工をし、更にその表面にエピタキシャル成長をすることによって、効率良く熱処理を行なうことができ、BMDが十分に形成されゲッターリング効果の高いエピタキシャルウェーハを効率よく製造可能であることを知見した。
- [0059] つまり本発明のエピタキシャルウェーハの製造方法は、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程と、熱処理したインゴットを鏡面状態のウェーハに加工するウェーハ加工工程と、鏡面研磨されたウェーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有することを特徴とする。特にインゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程がBMDを形成する熱処理工程であることを特徴とする。
- [0060] 本発明者は、インゴットアニールを、エピタキシャルウェーハの原料となるシリコン単結晶のインゴットに適応すれば良好なエピタキシャルウェーハが効率良く得られることがわかった。従来は、エピタキシャル層を形成する前又は後にウェーハ状態のシリコン単結晶にBMDを形成する為の熱処理を行なう必要があった。ところが、ウェー

ハの熱処理に用いられる熱処理装置及びウエーハ熱処理ボートは、一度にウエーハをセットできる枚数が多くても100枚程度に限られてしまい、熱処理の効率が低いものであった。しかし、BMDを形成する熱処理をインゴット状態で行なうことにより、従来方法のようにウエーハ熱処理ボートを用いる必要がないため、ウエーハ状態なら数バッチから十数バッチ分はかかる熱処理を一回の熱処理で行なうことができ、熱処理の効率を大幅に向上させることができる。

[0061] 特にインゴット状態で700℃以上900℃以下の熱処理を施しBMDを形成しておくことが好ましい。900℃以下の温度で熱処理を行なうことにより、インゴット全体に転位やスリップが発生するのを防ぎ、ウエーハ表面にBMDが露出してエピタキシャル層に欠陥が発生するのを防ぐことができる。また、700℃以上の温度で熱処理をすることにより、インゴットの状態で形成したBMDがエピタキシャル成長工程で消滅すること防ぐことができる。

[0062] 従って、インゴット状態のシリコン単結晶に700℃以上900℃以下の熱処理を行なうことにより、エピタキシャル層欠陥を発生させないとともに、エピタキシャル工程で消滅しない適当な大きさのBMDをインゴット内部に十分に形成することができる。具体的には、700℃以上900℃以下の熱処理温度で、30分以上8時間以内の定温保持、または複数段の定温保持熱処理を行い、また、昇温速度も0.5℃/min～10℃/minとして熱処理することで安定したBMDを形成することができる。

[0063] また、インゴットは、シリコン単結晶に窒素がドーピングされている結晶、又はNPC領域の結晶であることが好ましい。

特に窒素ドーピングしたシリコン単結晶を用い熱処理した場合、COP等の結晶起因の欠陥が消滅しやすく、かつ、結晶内部で酸素析出物が得られやすくなる。このようなシリコン単結晶を用いることにより、エピタキシャル成長工程においても欠陥の少ないウエーハおよびIG効果の高いウエーハが効果的に製造できる。

[0064] また、NPC領域の結晶についても同様にエピタキシャル層欠陥の少ないウエーハが得られる。

[0065] エピタキシャル層を形成する方法は、特に従来のかまわない。例えば、1000℃以上の高温プロセスを有する前処理を行い、その後1000℃以上の温度でエ

ピタキシャル成長を行なう方法で良い。具体的にはシリコン結晶薄膜のエピタキシャル成長は、 $H_2$  雰囲気中に珪素化合物ガスである  $SiCl_4$ ,  $SiHCl_3$ ,  $SiH_2Cl_2$ ,  $SiH_4$  等のガスとドーパント・ガスである  $B_2H_6$  ガスや  $PH_3$  等のガスを供給し、 $1000\sim 1300^\circ C$  の温度域で行われる。

[0066] 一方、エピタキシャル成長前に行なう前処理はシリコン単結晶基板の表面に存在する自然酸化膜とパーティクルを除去する操作であり、特にエピタキシャル成長を行なう前には、シリコン単結晶基板の表面の清浄化は欠かせない処理である。自然酸化膜やパーティクルを除去するためによく用いられる方法は、 $H_2$  または  $H_2/HCl$  混合ガス雰囲気中にて、 $1000^\circ C\sim 1300^\circ C$ 、特に  $1100^\circ C$  付近の高温で基板の熱処理を行なう方法である。

[0067] このようなシリコン単結晶の状態で熱処理したインゴットをウエーハ加工し、エピタキシャルウエーハの原材料とすることで、欠陥もなくIG効果の高いエピタキシャルウエーハを効率良く製造できるようになる。

[0068] 以下、本発明のウエーハの製造方法について図面を参照してさらに詳しく説明する。図1および図2は本発明のウエーハの製造工程の概略を示すフロー図である。

[0069] (インゴットの育成)

先ず初めにCZ法により、酸素濃度(や窒素濃度)、抵抗率等を調節しシリコン単結晶インゴットを成長する。この引上げ方法は特に限定されるものではなく、従来から行なわれている方法を用いれば良い。特にCOP等の結晶起因の欠陥が少なくなるような条件でインゴットを引き上げると好ましい。

[0070] 特にシリコン単結晶中に窒素をドーピングすることにより、DZ層、BMDを形成しやすいシリコン単結晶を成長させることができる。本発明において、窒素をドーピングしたシリコン単結晶インゴットを育成するには、チョクラルスキー法でシリコン単結晶を育成する場合に、あらかじめ石英ルツボ内に窒化物を入れておくか、シリコン融液中に窒化物を投入するか、雰囲気ガスを窒素を含む雰囲気等とすることによって、シリコン単結晶中に窒素をドーピングすることができる。この際、窒化物の量あるいは窒素ガスの濃度あるいは導入時間等を調整することによって、結晶中の窒素ドーピング量を制御すること

が出来る。

- [0071] また、準完全結晶(NPC)領域のシリコン単結晶を用いることにより、後にウエーハ状態でアニールを行なった場合にDZ層の厚いアニールウエーハを製造することができる。この準完全結晶領域のシリコン単結晶を製造するには、例えば、チョクラルスキー法により単結晶を成長させるときの引上速度Vと、固液界面近傍の引上軸方向の結晶温度勾配Gとの比である $V/G$ を制御しつつ結晶引上を行なうことにより、結晶横断面全面で、準完全結晶(NPC)領域のシリコン単結晶を引上げることができる。

- [0072] (インゴットアニール:BMD形成工程、第1の熱処理工程)

次にこのように育成されたインゴットをインゴットの形態で熱処理して内部にBMDを形成する。つまりウエーハ形状に加工するスライス工程前(ウエーハ加工工程前)に熱処理を行なう。この場合BMDが形成される条件で熱処理する。この時、インゴットアニールは、単結晶製造装置(インゴット引上げ装置)で引き上げられたままの形状のインゴット又は引上げ後に円筒研削しブロック状に切断した状態で行なう。つまりインゴット外周部を円筒研削する前又は後どちらでも実施することができる。

- [0073] まず、引き上げられたままの形状でのインゴットアニールについて、その一実施形態を説明する(図1)。

この例では、単結晶製造装置で引上げられたインゴットのコーン部やテール部を除去せず、複数ブロックに分割しない状態でインゴットを熱処理炉に入れBMDを形成する熱処理をする。

この場合の熱処理装置は特に限定するものではないが、このようなインゴットの塊の状態で熱処理できるものが好ましく、図3に示すような横型の熱処理炉が好適である。図3は横型熱処理炉の概略を示すもので、この熱処理炉10は、コーン部やテール部を除去せず、複数ブロックに分割しないインゴット1をそのまま投入することができる石英やSiC製のチャンバ11を有し、その外側にヒータ12等の熱処理手段が具備されているものである。インゴット1はコーン部及びテール部を支持できる支持部13で保持される(必要によりインゴット中心部にも支持部を配置しても良い)。このような装置を用いBMDが形成される熱処理条件で熱処理を行なう。

- [0074] このような引き上げられたままの形状のインゴットを熱処理すると汚染等が極力少ない状態または、歪み等が形成されていない状態で熱処理でき好ましい。また、インゴットを一度に熱処理することによりウエーハ換算にすると大変大量のウエーハが処理できる。
- [0075] 次に、別な形態の例を示す。以下の例では引き上げられたままの形状ではなく、引き上げ後に円筒研削されブロック状に切断された状態にしたインゴットをインゴットアニールする例を示す(図2)。
- [0076] インゴットの育成工程で引き上げられたインゴットの側面を円筒研削し、その後、図5に示すようにインゴット1のコーン部2及びテール部3を切断し、さらに複数のブロック4に切断することでインゴットブロックを得る。
- [0077] その後、このブロック状のインゴットに熱処理を行なう。なお、このような円筒研削・ブロック加工を行なった場合、熱処理により汚染や割れが生じる可能性があるため、先ず初めにインゴット表面全体をエッチング液により、数百 $\mu\text{m}$ エッチングしてインゴット表面に付着している金属不純物等を除去する。このエッチング液は例えば、 $\text{HF}/\text{HNO}_3$  からの酸性のエッチング液などが用いられる。
- [0078] その後、ブロックの状態のまま、熱処理炉に入れ熱処理する。熱処理装置は特に限定するものではないが、このような形態のインゴットブロックを塊のまま熱処理できる例えば、図4のようなものが好ましい。図4の熱処理炉20は、インゴットのブロック4を縦置きにして熱処理できる装置であるが、インゴットのブロック4を熱処理炉20の下方から石英やSiCからなるチャンバ21内に投入し、その外側に配置されたヒータ22等の熱処理手段により熱処理する形態のものであり、いわゆる縦型の熱処理炉である。このような熱処理炉を用いBMDが形成される熱処理条件で熱処理を行なう。このようなシリコン単結晶をブロック状にした熱処理では、熱処理炉も小型化でき好ましい。
- [0079] このように引き上げ後に円筒研削されブロック状に切断された状態にしたインゴットを熱処理する場合においても、ウエーハ用の熱処理ボートが不要になるため、一度に大量のシリコン単結晶を熱処理でき、ウエーハ状態で熱処理した場合に換算すると、きわめて多くのウエーハを一度に熱処理できることになる。
- [0080] 以上のようなインゴット熱処理工程(BMD形成工程、第1の熱処理工程)の具体的

な熱処理条件は、要求される仕様により適宜設定すれば良いが、特に酸素雰囲気中、700℃～1100℃の熱処理を30分から8時間程度行なえば、目的とするBMDが十分に生成される。実際には室温から500℃付近までは昇温速度10℃/min程度の高速で昇温し、その後昇温速度を遅くして、設定温度までは0.5℃/min～5℃/min程度で昇温する。このような方法で設定温度(例えば1000℃)まで徐々に昇温させ、この設定温度で任意の時間(例えば1時間)保持する。その後、600℃までは5℃/min程度の降温速度で冷却し、その後2℃/min程度で室温まで落とし熱処理を終了する。こうすることで、後にウエーハ状態でDZ層を形成する1000℃程度の熱処理やエピタキシャル成長を行なっても消失しないBMDがインゴット中に高密度に形成される。

[0081] (ウエーハ加工工程)

次にこのようにインゴットアニールしたインゴットをウエーハ加工する。ウエーハ加工では、少なくとも高平坦度なウエーハが得られればその工程は特に限定するものではない。この実施の形態では図8に示すように単結晶シリコンインゴットをスライスして薄板(ウエーハ)を作製した後(図8(A))、このシリコンウエーハに対して面取り(図8(B))、平坦化(ラッピング)(図8(C))、エッチング(図8(D))、研磨(図8(E))等の各工程を順次実施し、最終的に鏡面研磨ウエーハを得る。各工程の条件は特に限定するものではないがスライス工程(図8(A))ではワイヤーソーを用いた切断、平坦化工程(図8(C))ではラッピング(工程)または平面研削(工程)などにより行なう。例えばラッピング工程であれば#1500以上の遊離砥粒を用いたラッピングを行なう。次にエッチング工程(図8(D))ではアルカリ溶液を用いたエッチング、研磨工程(図8(E))では両面研磨、片面研磨を組み合わせた複数段の研磨で実施すると良い。また面取り工程(図8(B))についても平坦化前の粗面取りや面取り部の鏡面化(鏡面面取り)等を実施している。この他に研磨後や各工程間に洗浄工程が入っても良い。

このように、インゴットアニールを行なった後、ウエーハ加工することでIG能力の高いウエーハが容易に製造できる。

[0082] アニールウエーハの製造

次に、本発明のアニールウエーハの製造方法について図面を参照し説明する。図9は本発明のアニールウエーハの製造工程の概略を示すフロー図である。

[0083] (インゴットの育成、インゴットアニール、ウエーハ加工)

前記と同様にしてインゴットを育成し、インゴットアニールを行なった後、ウエーハ加工することでIG能力の高いウエーハが容易に製造できる。なお、鏡面研磨等のウエーハ表面の状態を改善する工程は、後述する第2の熱処理工程の後に行なうこともできる。

[0084] (ウエーハアニール: 第2の熱処理工程)

このような鏡面研磨ウエーハを熱処理する。ウエーハのアニールは従来の装置などをそのまま利用できる。例えば図6に示すような縦型熱処理炉30を用いることができる。この熱処理炉30は、チャンバ31の周りに配置されたヒータ32でチャンバ31内を加熱するもので、熱処理時にはガス導入管33からアルゴン等の不活性ガスを導入し、ガス排気管34から不要なガスを排気するようにされている。被熱処理物である複数枚のウエーハWは、熱処理ポート40にセットされ、チャンバ31内に配置される。熱処理ポート40は、例えば図7に示すようなものが用いられる。この熱処理ポート40は、複数の支柱42と、支柱42の両端でそれらを連結する連結部41から成る。支柱42には、ウエーハWをセットできるように、溝状のウエーハ載置部43が設けられており、ウエーハWを保持できるようにされている。

本発明では、インゴット熱処理工程(第1の熱処理工程)でインゴットアニールを行なうため、従来の熱処理条件より簡便なシーケンスで熱処理を実施することができる。このため時間が短縮され生産性の良いアニールウエーハの製造を行なうことができる。

[0085] ウエーハ熱処理工程(第2の熱処理工程)の熱処理条件は、ウエーハ表面に無欠陥領域(DZ層)を形成することを主な目的とし、好ましくは、900℃以上1300℃以下で、5分以上16時間以内の熱処理を行ない、DZ層を成長させる。900℃以上であればDZ層の形成が短時間で済み、さらに十分なDZ幅を得ることができる。また1300℃以下とすれば、ウエーハの変形等によるスリップの発生が生じにくい。また熱処理時間は、要求されるDZ層の幅により適宜設定すれば良い。長時間に設定するほどDZ幅は広くなりやすい。

[0086] 特に低温熱処理の後に高温熱処理を連続して行なうような従来のDZ-IG熱処理では、BMDを形成し、かつ消滅させないようにするためにウエーハアニール時に昇温をゆっくりする必要があったが、本発明のようにインゴットの状態で予め熱処理しておけば、このウエーハアニール段階での昇温は速く実施することができ、例えば5℃/min以上の昇温速度で処理してもBMD密度が十分なアニールウエーハを得ることができる。

[0087] このようなウエーハ製造工程とすることで、インゴットアニールでの熱処理を効率良く行なうことができることに加えて、ウエーハアニールでの昇温時間を著しく短くすることができ、ウエーハアニール時間を短縮できる。

さらにウエーハアニール時間が短くなれば、金属汚染等も低減でき、良好なアニールウエーハが得られる。

[0088] エピタキシャルウエーハの製造

次に、本発明のエピタキシャルウエーハの製造方法について図面を参照し説明する。図10は本発明のエピタキシャルウエーハの製造工程の概略を示すフロー図である。

[0089] (インゴットの育成)

初めにインゴットの育成を行なう。前記と同様にCZ法によりシリコン単結晶を育成すればよいが、この場合も、特にシリコン単結晶中に窒素をドーピングすることにより、BMDを形成しやすく、エピタキシャル層欠陥を少なくできるシリコン単結晶を成長させることができる。

また、準完全結晶(NPC)領域のシリコン単結晶を用いることにより、エピタキシャル層欠陥の極めて少ないエピタキシャルウエーハを製造することができる。

[0090] (インゴットアニール)

インゴット熱処理工程の具体的な熱処理条件は、要求される仕様により適宜設定すればよいが、特に酸素雰囲気中、700℃～900℃の熱処理を30分から8時間程度行なえば、目的とするBMDが十分に生成される。実際には室温から500℃付近までは昇温速度10℃/min程度の高速で昇温し、その後昇温速度を遅くして、設定温



度までは $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ～ $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程度で昇温する。このような方法で設定温度(例えば $800^{\circ}\text{C}$ )まで徐々に昇温させ、この設定温度で任意の時間(例えば4時間)保持する。その後、 $600^{\circ}\text{C}$ までは $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程度の降温速度で冷却し、その後 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程度で室温まで落とし熱処理を終了する。この段階で $1200^{\circ}\text{C}$ 程度の温度でも、エピタキシャル層形成処理のような短時間の熱処理であれば消失しないBMDが高密度に形成される。

[0091] (ウェーハ加工工程)

次にこのようにインゴットアニールしたインゴットをウェーハ加工する。ウェーハ加工では、少なくともウェーハの一主面を鏡面化する研磨が施され、高平坦度なウェーハが得られればその工程は特に限定するものではない。例えば、前記したように図8に示す手順に従って鏡面研磨ウェーハを得ることができる。

[0092] (エピタキシャル成長工程)

このような鏡面研磨ウェーハの表面にエピタキシャル層を形成する。エピタキシャル層の形成は、前処理としてシリコン単結晶基板の表面に存在する自然酸化膜とパーティクルを除去する。これは $\text{H}_2$  または $\text{H}_2/\text{HCl}$ 混合ガス雰囲気中にて、 $1100^{\circ}\text{C}$ 付近の高温で基板の熱処理を行なう。

[0093] 次にエピタキシャル層を形成する方法は、従来の方法でかまわない。例えば $\text{H}_2$  雰囲気中に珪素化合物ガスである $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{SiHCl}_3$ ,  $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{SiH}_4$ 等のガスとドーパント・ガスである $\text{B}_2\text{H}_6$ ガスや $\text{PH}_3$ 等のガスを供給し、 $1000\sim 1300^{\circ}\text{C}$ の温度域で処理が行なわれる。

[0094] なお、エピタキシャル成長に用いる装置は、従来の装置でかまわない。例えば図11に示すような前処理とエピタキシャル成長とを同一の処理室内で行なうエピタキシャル成長装置を用いることができる。このエピタキシャル成長装置50は処理室51の中にウェーハWを収容する。図11ではウェーハWは1枚収容されているが、複数枚であつても構わない。上記処理室51の一端から導入されたガスは、ウェーハWに接触後、該処理室51の他端から排気される。処理室51内を流れる上記ガスは、 $\text{H}_2$ ガス単独、 $\text{H}_2$ ガスで希釈されたHFガス、 $\text{H}_2$ ガスで希釈されたHClガス、 $\text{H}_2$ ガスで希釈された $\text{SiHCl}_3$ ガス等、前処理およびエピタキシャル層を成長させるために必要なガスの

いずれかであり、各成分ガスはいずれもマスフローコントローラ53で精密に流量制御されながら処理室51内へ導入される。HFは常温で液体であるが、蒸気圧が大きく容易に気化するため、気化成分を $H_2$ と混合して処理室51へ供給する。処理室51の外側には、その一方の主面に沿って赤外線ランプ52が配されており、通電量に応じてウエーハWの加熱温度を制御するようにされている。また、処理室51の他方の主面側には放射温度計54が配されており、プロセス中のウエーハ温度をモニタ可能となされている。もちろん前処理部とエピタキシャル成長部が別の処理室になっても良い。

[0095] 以上のようにエピタキシャルウエーハを製造することにより、エピタキシャル層欠陥が少なく、高密度のBMDを持つエピタキシャルウエーハを効率良く製造することができ、生産性を大幅に向上させることができる。

[0096] 以下、実施例及び比較例について説明する。

(実施例1)

(インゴットの育成)

CZ法により、酸素濃度 $13\sim15\times10^{17}\text{atoms}/\text{cm}^3$ [oldASTM]、窒素濃度 $5\sim9\times10^{12}\text{atoms}/\text{cm}^3$ のシリコン単結晶インゴットを成長した。このインゴットを円筒研削し複数のブロックに切断することで、直径約300mm、長さ約30cmのインゴットを得た。

[0097] (インゴットアニール:BMD形成工程)

上記インゴットを、インゴットの状態のまま熱処理を行ない内部にBMDを形成するBMD形成工程を行なった。まず初めにインゴット表面全体を $HF/HNO_3$ からなる酸エッチング液により約200 $\mu\text{m}$ エッチングして表面を汚染している金属不純物を除去した。

その後、インゴットの状態のまま、図4に示す熱処理炉に入れて熱処理した。

[0098] 熱処理は、室温から昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で $500^\circ\text{C}$ まで、その後昇温速度 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ で $1000^\circ\text{C}$ まで昇温し、 $1000^\circ\text{C}$ で2時間保持した。その後、 $600^\circ\text{C}$ まで $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 程度の降温速度で冷却し、その後 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 程度で室温まで落とした。この熱処理

時の雰囲気は酸素ガスを用いた。

これにより、ウエーハに換算すると通常のウエーハ熱処理ポート4バッチ分の熱処理が、1回の熱処理で実施することができた。

[0099] (ウエーハ加工工程)

ウエーハ加工工程では、BMD形成工程後のインゴットを図8に示す工程で処理した。スライス工程(図8(A))ではワイヤーソーを用いて切断し、面取り工程後(図8(B))、平坦化工程(図8(C))では#1500の遊離砥粒を用いてラッピングし、エッチング工程(図8(D))では濃度50%NaOHを用いたアルカリ溶液によりエッチングした。その後研磨工程(図8(E))では両面研磨、片面研磨、片面研磨の3段の研磨を行ない、高平坦度で鏡面化されたウエーハを得た。その後洗浄を行なった。上記30cmのインゴットから約300枚の直径300mmのシリコンウエーハが得られた。

[0100] このようにして得られたウエーハについて、BMD密度を赤外線トモグラフィ法で評価した結果、 $3 \times 10^9$ 個/cm<sup>3</sup>と十分なBMD密度であった。つまりIG能力の高いウエーハが得られた。従って、このようなウエーハを用いて後工程で例えばDZ層を形成するようなアニールウエーハの作製を行なった場合、BMDを形成するような低温の熱処理を行なう必要がなくなるため、ウエーハ状態での熱処理は主にDZ層を形成する為の熱処理を行なうだけで良いことになり、熱処理時間を大幅に短縮することができる。

[0101] (実施例2)

CZ法により、酸素濃度 $13 \sim 15 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup>[oldASTM]のシリコン単結晶インゴットを成長した。このシリコン単結晶は、結晶の成長速度を制御しNPC領域の結晶を成長させた。このインゴットは円筒研削し複数のブロックに切断することで、直径約300mm、長さ約30cmのインゴットを得た。

[0102] その後、実施例1と同様に、BMD形成工程、ウエーハ加工工程を行ない、約300枚の直径300mmのシリコンウエーハを得た。このようにして得られたウエーハについて、BMD密度を赤外線トモグラフィ法で評価した結果、 $3 \times 10^9$ 個/cm<sup>3</sup>と十分なBMD密度であり、IG能力の高いウエーハが得られた。

## [0103] (比較例1)

実施例1および2と同様にインゴットを製造した後、インゴットの状態で熱処理を行なうBMD形成工程を行なわないで、それぞれウエーハ加工を行なった。このウエーハを、上記実施例1および2と同じ条件でBMD密度を評価した。

[0104] 上記インゴットから得られたウエーハについて、インゴット状態でBMD形成工程を行わずウエーハ加工しただけでは、BMDが形成されていない為、上記のような評価を行なってもBMDはほとんど検出されなかった。従って、このウエーハを例えばアニールウエーハとして用いる場合、ウエーハ状態でBMDを形成及び成長させるような熱処理を行なわなくてはならない。

## [0105] (実施例3)

(インゴットの育成)

CZ法により、酸素濃度 $13\sim 15 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  [oldASTM]、窒素濃度 $5\sim 9 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶インゴットを成長した。このインゴットは円筒研削し複数のブロックに切断することで、直径約300mm、長さ約30cmのインゴットを得た。

## [0106] (インゴットアニール: 第1の熱処理工程)

上記インゴットを、インゴットの状態のまま第1の熱処理工程を行なった。先ず初めにインゴット表面全体を $\text{HF/HNO}_3$ からなる酸エッチング液により約 $200 \mu\text{m}$ エッチングして表面を汚染している金属不純物を除去した。

その後、インゴットの状態のまま、図4に示す熱処理炉に入れ熱処理した。

[0107] 熱処理は、室温から昇温速度 $10^\circ\text{C/min}$ で $500^\circ\text{C}$ まで、その後昇温速度 $1^\circ\text{C/min}$ で $1000^\circ\text{C}$ まで昇温し、 $1000^\circ\text{C}$ で2時間保持した。その後、 $600^\circ\text{C}$ まで $5^\circ\text{C/min}$ 程度の降温速度で冷却し、その後 $2^\circ\text{C/min}$ 程度で室温まで落とした。この熱処理時の雰囲気は酸素ガスを用いた。

これにより、ウエーハに換算すると後述するウエーハ熱処理ボート4バッチ分の熱処理が、1回の熱処理で実施することができた。

## [0108] (ウエーハ加工工程)

ウエーハ加工工程では、図8に示す工程で処理した。スライス工程(図8(A))ではワイヤーソーを用いて切断し、面取り工程後(図8(B))、平坦化工程(図8(C))では#1500の遊離砥粒を用いてラッピングし、エッチング工程(図8(D))では濃度50% NaOHを用いたアルカリ溶液によりエッチングした。その後研磨工程(図8(E))では両面研磨、片面研磨、片面研磨の3段の研磨を行ない、高平坦度で鏡面化されたウエーハを得た。その後洗浄を行なった。上記30cmのインゴットから約300枚の直径300mmのシリコンウエーハが得られた。

## [0109] (ウエーハアニール: 第2の熱処理工程)

1バッチ75枚で熱処理した。

熱処理装置は図6に示す縦型の熱処理炉を用い、図7に示す熱処理ボートに上記ウエーハを移載し熱処理した。

[0110] 熱処理はアルゴン雰囲気中、700℃に保持された炉内にウエーハがセットされた熱処理ボートを移載し1000℃まで5℃/minの比較的速い速度で昇温した。1000℃後は2℃/minで昇温し、1200℃1時間の熱処理を行なった。その後、1000℃まで2℃/minで降温し、1000℃以下は4℃/minで降温し700℃で炉内から熱処理ボート(ウエーハ)を取り出した。

ウエーハアニールに要した時間は約6.5時間であった。

[0111] このようにして得られたアニールウエーハについて、ウエーハ3枚を抜き取り、DZ層およびBMD密度を確認した。その結果、DZ幅は平均10.4 μm、BMD密度は平均 $5 \times 10^9$ 個/cm<sup>3</sup>レベルであった。

またこれらのウエーハに対しスリップ転位の発生状況をX線トモグラフィー(XRT)により確認した。スリップ転位の発生は観察されなかった。

[0112] またウエーハ表面の重金属レベルを熱処理後のウエーハ3枚に対して行なった。重金属レベルはFe:  $1 \times 10^9$  atoms/cm<sup>2</sup>、Cu:  $9 \times 10^8$  atoms/cm<sup>2</sup>、Ni:  $8 \times 10^8$  atoms/cm<sup>2</sup>程度と低いレベルの金属汚染であり、ウエーハ状態での熱処理時間を短縮化することによって、ウエーハ表面の金属汚染レベルを低く保つことができた。

## [0113] (比較例2)

従来のウエーハ状態にしてから、熱処理によりDZ層およびBMDを形成するアニールウエーハの製造方法を行なった。

ウエーハは実施例3と同様なウエーハ加工工程を経た直径300mmのウエーハである。酸素濃度や窒素濃度も実施例3と同様である。

[0114] ウエーハアニールは、アルゴン雰囲気中、500℃に保持された炉内にウエーハがセットされた熱処理ボートを移載し1000℃まで1℃/minの大変遅い昇温速度で熱処理し、BMDが十分形成されるようにした。その後、2℃/minで昇温し、DZ層を形成するための1200℃1時間の熱処理を行なった。その後、1000℃まで2℃/minで降温し、1000℃以下は4℃/minで降温し700℃で炉内から熱処理ボート(ウエーハ)を取り出した。

ウエーハを熱処理する時間は全体で約14時間かかった。

[0115] このようにして得られたアニールウエーハについて、DZ層およびBMD密度を確認した。その結果、DZ幅9.5 μm、BMD密度平均 $2 \times 10^9$ 個/cm<sup>3</sup>レベルであった。このような条件で、実施例3とほぼ同程度のウエーハ品質を得られるが、ウエーハの熱処理時間は非常にかかってしまい生産性が悪い。またウエーハ表面の重金属レベルもFe: $5 \times 10^9$  atoms/cm<sup>2</sup>、Cu: $1 \times 10^{10}$  atoms/cm<sup>2</sup>、Ni: $1 \times 10^9$  atoms/cm<sup>2</sup>程度と実施例3に比べ悪かった。

[0116] 本発明では、インゴットアニールで、効率良くBMDを形成する熱処理が行なえることに加えて、ウエーハアニールの時間を大変短くすることができ、上記のような条件で実施することでウエーハ熱処理時間を従来の約14時間から約6.5時間に短縮することができた。これにより生産性を大幅に向上することができた。

## [0117] (実施例4)

(インゴットの育成)

CZ法により、酸素濃度 $13 \sim 15 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup> [oldASTM]、窒素濃度 $5 \sim 9 \times 10^{12}$  atoms/cm<sup>3</sup>のシリコン単結晶インゴットを成長した。このインゴットは円筒研削し複数のブロックに切断することで、直径約300mm、長さ約30cmのインゴットを

得た。

[0118] (インゴットアニール: 熱処理工程)

上記インゴットを、インゴットの状態のまま熱処理工程を行なった。先ず初めにインゴット表面全体を $\text{HF}/\text{HNO}_3$ からなる酸エッチング液により約 $200\text{ }\mu\text{m}$ エッチングして表面を汚染している金属不純物を除去した。

その後、インゴットの状態のまま、図4に示す熱処理炉に入れ熱処理した。

[0119] 熱処理は、室温から昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で $500^\circ\text{C}$ まで、その後昇温速度 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ で $800^\circ\text{C}$ まで昇温し、 $800^\circ\text{C}$ で4時間保持した。その後、 $600^\circ\text{C}$ まで $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 程度の降温速度で冷却し、その後 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 程度で室温まで落とした。この熱処理時の雰囲気は酸素ガスを用いた。

これにより、エピタキシャルウエーハの基板となるウエーハを、1回の熱処理で大量に製造することができる。

[0120] (ウエーハ加工工程)

ウエーハ加工工程では、図8に示す工程で処理した。スライス工程(図8(A))ではワイヤーソーを用いて切断し、面取り工程後(図8(B))、平坦化工程(図8(C))では $\#1500$ の遊離砥粒を用いてラッピングし、エッチング工程(図8(D))では濃度50%  $\text{NaOH}$ を用いたアルカリ溶液によりエッチングした。その後研磨工程(図8(E))では両面研磨、片面研磨、片面研磨の3段の研磨を行ない、高平坦度で鏡面化されたウエーハを得た。その後洗浄を行なった。上記30cmのインゴットから約300枚の直径300mmのシリコンウエーハが得られた。

[0121] (エピタキシャル成長)

このウエーハを図11に示すようなエピタキシャル装置を用いエピタキシャル層を形成した。まず、ウエーハに前処理を行なった。このウエーハを $23^\circ\text{C}$ 、1気圧に維持された処理室内に載置し、まず $\text{H}_2$ ガスで希釈された1% $\text{HF}$ 混合ガスを流量100リットル/分にて3分間供給し、該ウエーハ表面の自然酸化膜を除去した。次に、処理室の外周部に設けられた抵抗加熱炉に通電し、ウエーハの温度を $1000^\circ\text{C}$ に昇温した。温度が安定化したところで、 $\text{H}_2$ ガスで希釈された1% $\text{HCl}$ 混合ガスを流量100リットル/分にて1分間導入し、有機物薄膜を除去した。

[0122] 次に、エピタキシャル成長を行なった。処理室内に $H_2$ ガス雰囲気とし、上部に設けられた赤外線ランプの通電量を調整し、ウェーハの温度を $1100^{\circ}C$ に昇温し、温度が安定化した後、直ちに $H_2$ で希釈された2% $SiHCl_3$ 混合ガスを流量100リットル／分にて極微量の $B_2H_6$ と共に1分間注入した。これにより厚さが $3\mu m$ 、抵抗率が $15\Omega \cdot cm$ 、ボロン濃度が $1 \times 10^{15}/cm^3$ のシリコン単結晶薄膜(エピタキシャル層)が成長されたエピタキシャルウェーハが得られた。

[0123] このようにして得られたエピタキシャルウェーハについて、基板側のBMD密度を確認した。BMD密度は $1000^{\circ}C$ 2時間の熱処理を行い、BMDを顕在化させて測定した。赤外線トモグラフィ法で評価した結果、約 $6 \times 10^9 atoms/cm^3$ の高いBMD密度が得られた。よって、本発明の方法により、高温のエピ成長熱処理がなされているにもかかわらず、ゲッタリングサイトとなるBMDが多く形成されているエピタキシャルウェーハを製造できることがわかる。

またこれらのウェーハに対しエピ層欠陥の観察を行なった。エピ層欠陥は観察されなかった。

[0124] (比較例3)

シリコン単結晶をインゴット段階で熱処理することなく、通常の方法でエピタキシャルウェーハの製造を行なった。酸素濃度や窒素濃度を実施例と同様にしてシリコン単結晶インゴットを形成した後、実施例4と同様なウェーハ加工工程を行い直径300mmのウェーハを約300枚製造した。続いて、実施例4と同じエピタキシャル成長条件でウェーハ上にエピタキシャル層を形成した。

[0125] このようにして得られたエピタキシャルウェーハについて、実施例4と同様にしてBMD密度を確認した。その結果、BMD密度は平均 $1 \times 10^8 個/cm^3$ であった。このようにインゴット段階でアニールしない場合、大変少ないBMD密度であった。したがって、十分なゲッタリング能力を得るには、この後、ウェーハにBMDを形成する長時間の熱処理を施す必要がある。

[0126] なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例



示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

[0127] 例えば、上記実施例では、インゴットを複数のブロックに分割し、ブロックの状態でインゴットアニールをしているが、このような切断を行なわない、引き上げた状態のインゴットのままの形態で処理しても良い。このようにすれば、汚染等が極力少ないインゴットを一度に処理できる。

## 請求の範囲

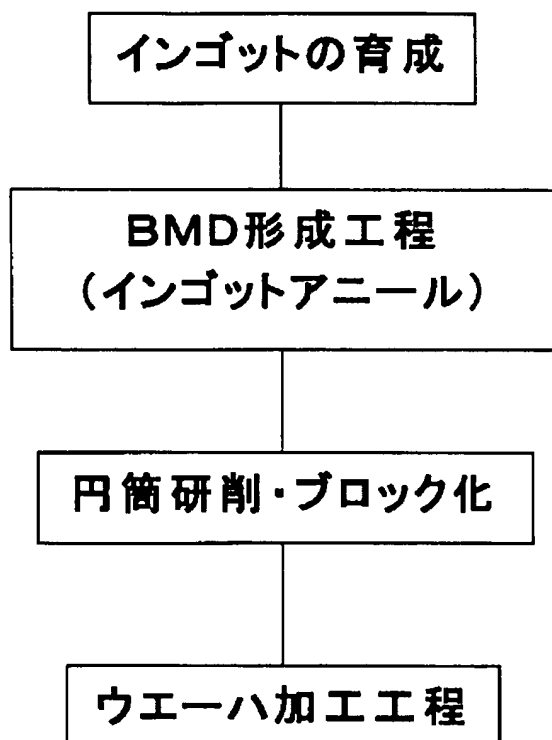
- [1] ウェーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なうインゴット熱処理工程と、該熱処理したインゴットをウェーハに加工するウェーハ加工工程を有することを特徴とするウェーハの製造方法。
- [2] 前記インゴット熱処理工程において、前記シリコン単結晶に内部微小欠陥(BMD)を形成することを特徴とする請求項1に記載のウェーハの製造方法。
- [3] 前記ウェーハ加工工程後、前記ウェーハを熱処理するウェーハ熱処理工程を有することを特徴とする請求項1又は請求項2に記載のウェーハの製造方法。
- [4] 前記ウェーハ加工工程において、前記熱処理したインゴットを鏡面状のウェーハに加工することを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載のウェーハの製造方法。
- [5] 前記鏡面状のウェーハに加工した後、該ウェーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有することを特徴とする請求項4に記載のウェーハの製造方法。
- [6] 前記インゴット熱処理工程は、インゴット状態のシリコン単結晶に700℃以上の熱処理を行なうことを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載のウェーハの製造方法。
- [7] 前記インゴット熱処理工程は、1100℃以下の熱処理温度で30分以上8時間以内の熱処理を行なうことを特徴とする請求項1ないし請求項6のいずれか1項に記載のウェーハの製造方法。
- [8] 前記インゴット熱処理工程は、700℃以上900℃以下の熱処理温度で30分以上8

時間以内の熱処理を行なうことを特徴とする請求項1ないし請求項7のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。

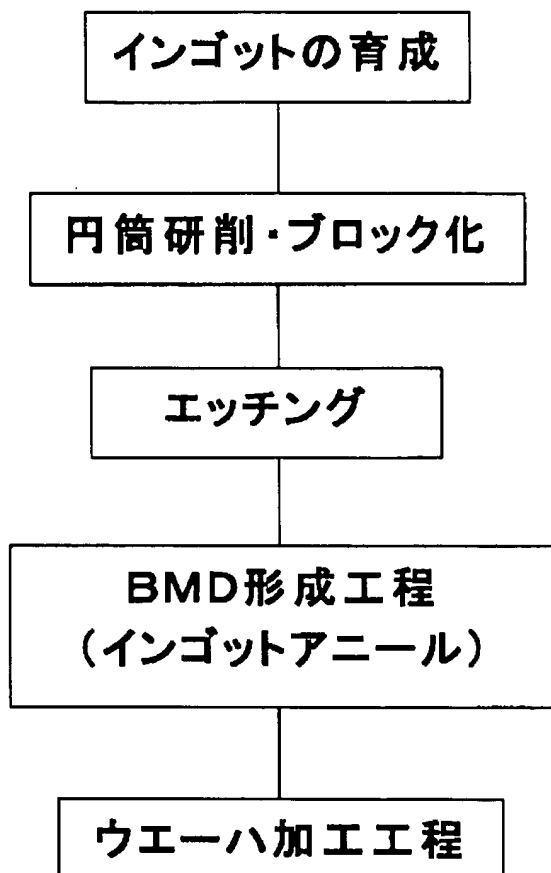
- [9] 前記インゴット熱処理工程は、昇温速度を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ として熱処理することを特徴とする請求項1ないし請求項8のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。
- [10] 前記ウエーハ熱処理工程において、前記ウエーハ表面に無欠陥領域(DZ層)を形成することを特徴とする請求項1ないし請求項9のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。
- [11] 前記ウエーハ熱処理工程は、 $900^{\circ}\text{C}$ 以上 $1300^{\circ}\text{C}$ 以下で、5分以上16時間以内の熱処理を行なうことを特徴とする請求項1ないし請求項10のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。
- [12] 前記ウエーハ熱処理工程は、昇温速度を $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上として昇温することを特徴とする請求項1ないし請求項11のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。
- [13] 前記エピタキシャル成長工程は、 $1000^{\circ}\text{C}$ 以上の温度で前処理を行なった後に $1000^{\circ}\text{C}$ 以上の温度でエピタキシャル成長を行なうことを特徴とする請求項5ないし請求項12のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。
- [14] 前記シリコン単結晶は、窒素がドーピングされている結晶であることを特徴とする請求項1ないし請求項13のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。
- [15] 前記シリコン単結晶は、チョクラスキー法により製造された準完全結晶(NPC)領域の結晶であることを特徴とする請求項1ないし請求項14のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。

- [16] 前記インゴット状態のシリコン単結晶は、チョクラルスキー法による単結晶引上装置で引き上げられたままの形状のインゴット、又は引上げ後に円筒研削されブロック状に切断された状態のインゴットであることを特徴とする請求項1ないし請求項15のいずれか1項に記載のウエーハの製造方法。

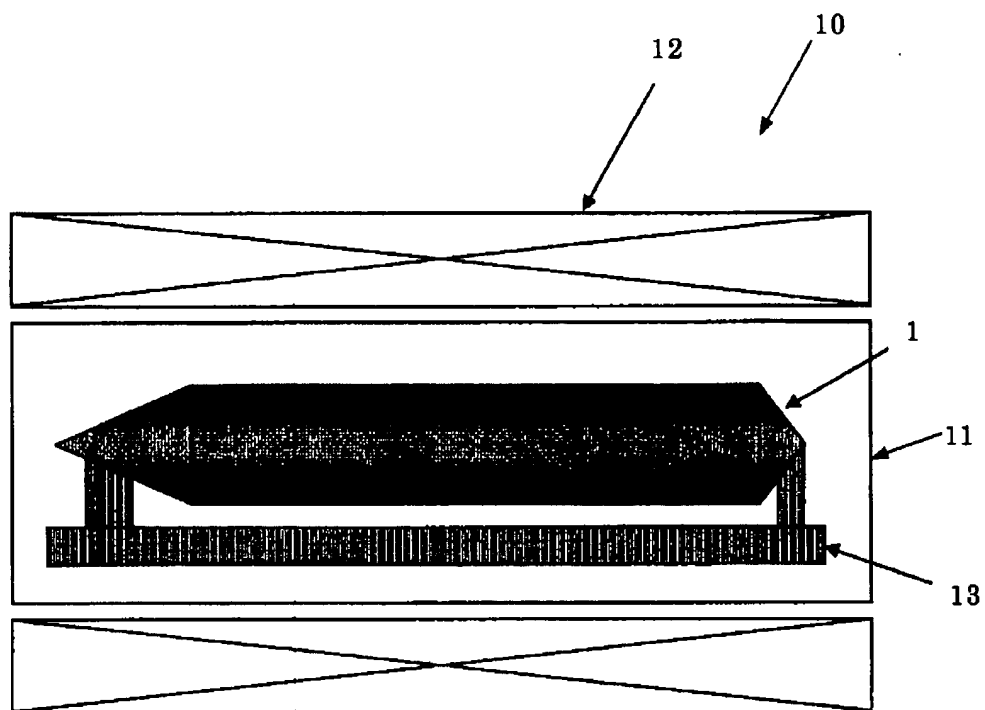
[図1]



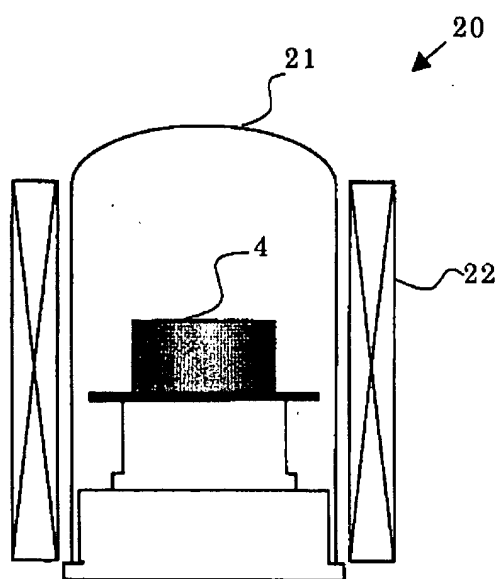
[図2]



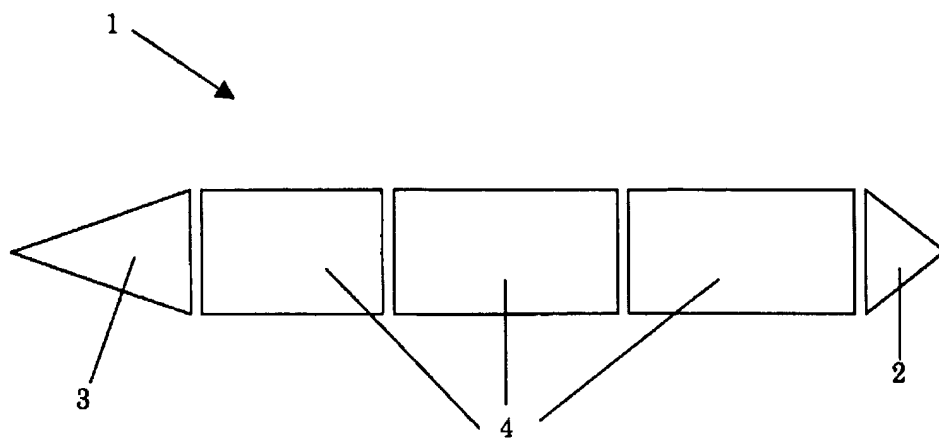
[図3]



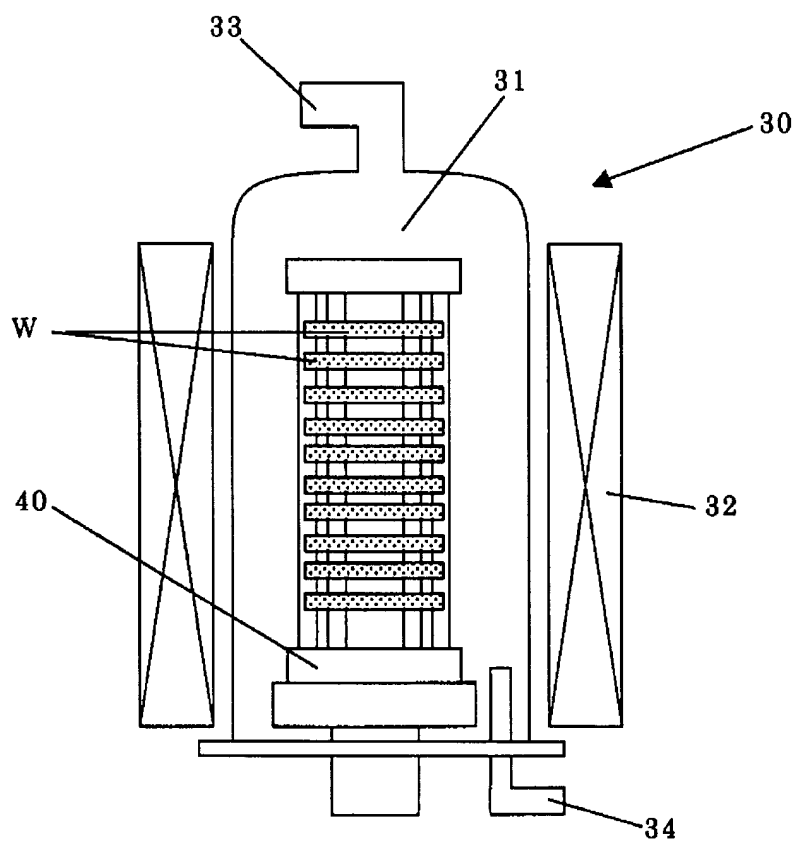
[図4]



[図5]

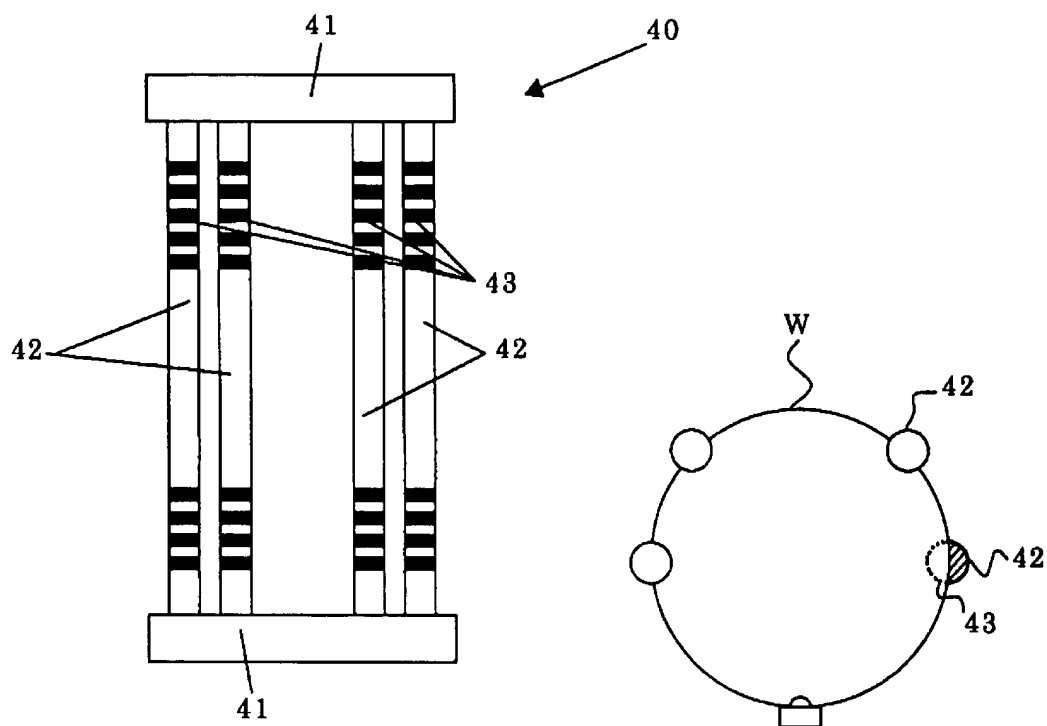


[図6]

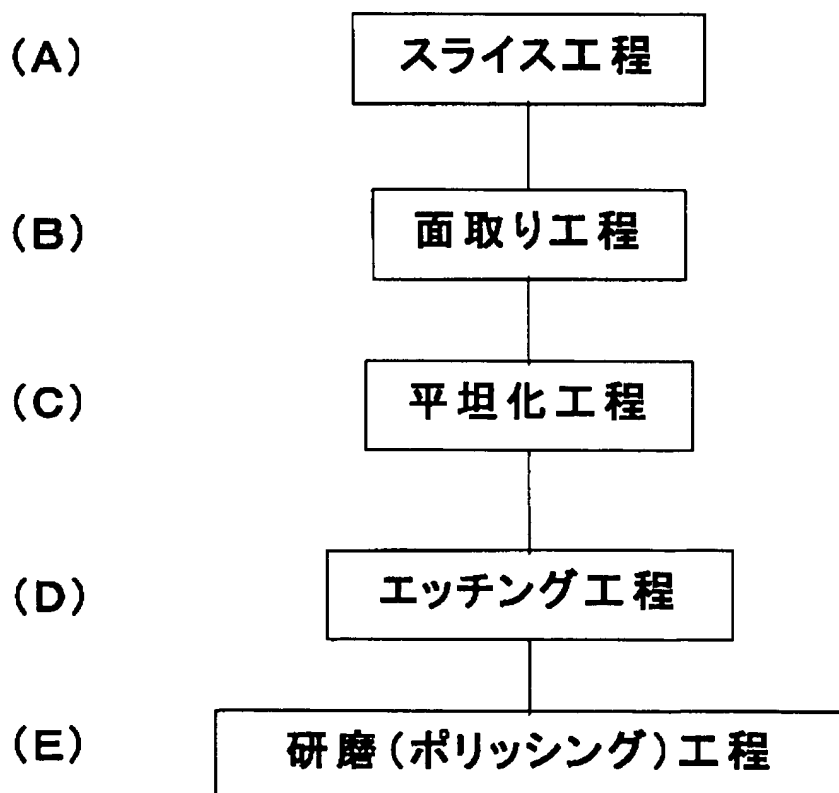




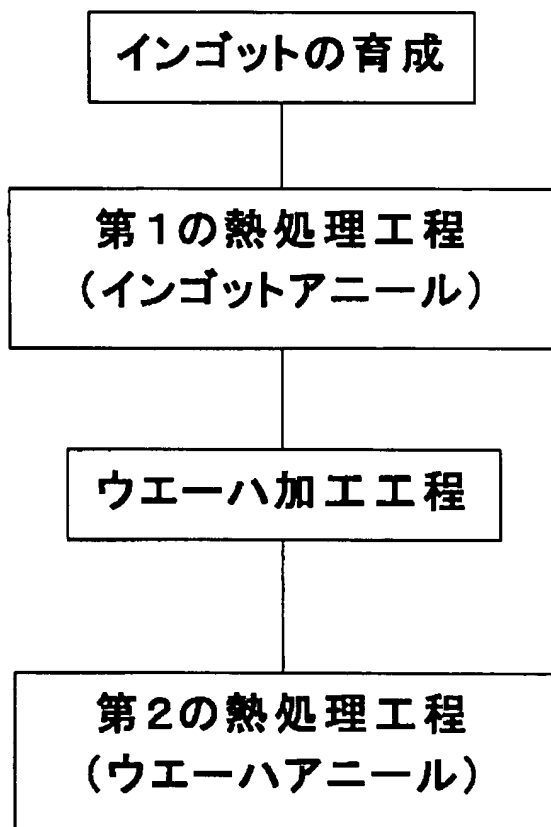
[図7]



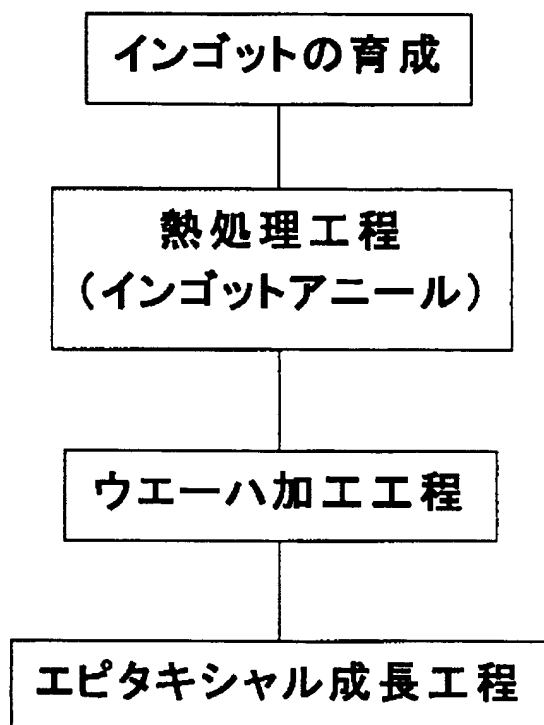
[図8]



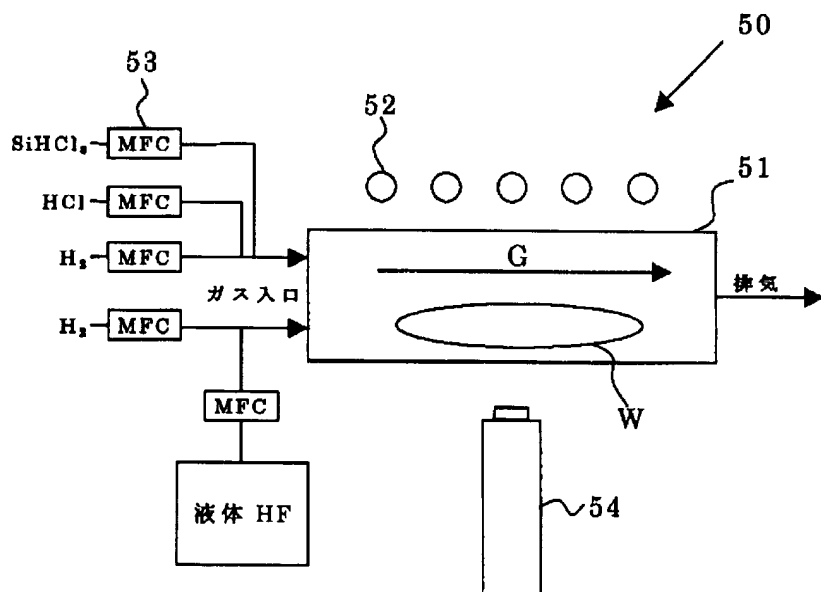
[図9]



[図10]



[図11]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011145

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/06Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
WPI, Elsevier

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2001-53078 A (Mitsubishi Materials Silicon Corp.), 23 February, 2001 (23.02.01), Claims; page 3, Par. No. [0008] to page 5, Par. No. [0019] (Family: none)	1-4, 6-10 5, 11-16
Y	JP 2001-77120 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 23 March, 2001 (23.03.01), Claims; page 3, Par. No. [0019] to page 4, Par. No. [0031] (Family: none)	5, 11-13, 15, 16

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
30 September, 2004 (30.09.04)Date of mailing of the international search report  
19 October, 2004 (19.10.04)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011145

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 11-322490 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 24 November, 1999 (24.11.99), Claims; page 4, Par. No. [0021] to page 6, Par. No. [0039] & EP 942077 A1 & US 6139625 A	14-16
Y	JP 2000-211995 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 02 August, 2000 (02.08.00), Claims; page 6, Par. Nos. [0042] to [0047] & EP 942078 A1 & JP 11-322791 A & US 6191009 B1	14-16

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C30B29/06

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C30B29/06

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996
日本国公開実用新案公報	1971-2004
日本国登録実用新案公報	1994-2004
日本国実用新案登録公報	1996-2004

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI, Elsevier

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP 2001-53078 A(三菱マテリアル株式会社), 2001.02.23, 特許請求の範囲, 第3頁段落【0008】-第5頁段落【0019】(ファミリーなし)	1-4, 6-10 5, 11-16
Y	JP 2001-77120 A(住友金属工業株式会社), 2001.03.23, 特許請求の範囲, 第3頁段落【0019】-第4頁段落【0031】(ファミリーなし)	5, 11-13, 15, 16
Y	JP 11-322490 A(信越半導体株式会社), 1999.11.24, 特許請求の範囲, 第4頁段落【0021】-第6頁段落【0039】 & EP 942077 A1 & US 6139625 A	14-16

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

30.09.2004

国際調査報告の発送日

19.10.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)  
郵便番号 100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

新居田 知生

4G

8618

電話番号 03-3581-1101 内線 6781

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2000-211995 A(信越半導体株式会社), 2000.08.02, 特許請求の 範囲, 第6頁段落【0042】 - 【0047】 & EP 942078 A1 & JP11-322791 A & US 6191009 B1	14-16